RAPPORT TECHNIQUE

TECHNICAL REPORT

CEI
IEC
1026

Première édition
First edition
1991-05

Guide pour l'application des méthodes d'essai analytiques sur l'endurance thermique des matériaux isolants électriques

Guidelines for application of analytical test methods for thermal endurance testing of electrical insulating materials

Numéro de référence
Reference number
CEI/IEC 1026: 1991

Numéros des publications

Depuis le 1er janvier 1997, les publications de la CEI sont numérotées à partir de 60000.

Publications consolidées

Les versions consolidées de certaines publications de la CEI incorporant les amendements sont disponibles. Par exemple, les numéros d'édition 1.0, 1.1 et 1.2 indiquent respectivement la publication de base, la publication de base incorporant l'amendement 1, et la publication de base incorporant les amendements 1 et 2.

Validité de la présente publication

Le contenu technique des publications de la CEI est constamment revu par la CEI afin qu'il reflète l'état actuel de la technique.

Des renseignements relatifs à la date de reconfirmation de la publication sont disponibles dans le Catalogue de la CEI.

Les renseignements relatifs à des questions à l'étude et des travaux en cours entrepris par le comité technique qui a établi cette publication, ainsi que la liste des publications établies, se trouvent dans les documents ci-dessous:

- **«Site web» de la CEI***
- **Catalogue des publications de la CEI**
  Publié annuellement et mis à jour régulièrement
  (Catalogue en ligne)*
- **Bulletin de la CEI**
  Disponible à la fois au «site web» de la CEI* et comme périodique imprimé

Terminologie, symboles graphiques et littéraux

En ce qui concerne la terminologie générale, le lecteur se reportera à la CEI 60050: *Vocabulaire Electrotechnique International* (VEI).

Pour les symboles graphiques, les symboles littéraux et les signes d'usage général approuvés par la CEI, le lecteur consultera la CEI 60027: *Symboles littéraux à utiliser en électrotechnique,* la CEI 60417: *Symboles graphiques utilisables sur le matériel. Index, relevé et compilation des feuilles individuelles,* et la CEI 60617: *Symboles graphiques pour schémas.*

* Voir adresse «site web» sur la page de titre.

Numbering

As from 1 January 1997 all IEC publications are issued with a designation in the 60000 series.

Consolidated publications

Consolidated versions of some IEC publications including amendments are available. For example, edition numbers 1.0, 1.1 and 1.2 refer, respectively, to the base publication, the base publication incorporating amendment 1 and the base publication incorporating amendments 1 and 2.

Validity of this publication

The technical content of IEC publications is kept under constant review by the IEC, thus ensuring that the content reflects current technology.

Information relating to the date of the reconfirmation of the publication is available in the IEC catalogue.

Information on the subjects under consideration and work in progress undertaken by the technical committee which has prepared this publication, as well as the list of publications issued, is to be found at the following IEC sources:

- **IEC web site***
- **Catalogue of IEC publications**
  Published yearly with regular updates

  (On-line catalogue)*
- **IEC Bulletin**
  Available both at the IEC web site* and as a printed periodical

Terminology, graphical and letter symbols

For general terminology, readers are referred to IEC 60050: *International Electrotechnical Vocabulary* (IEV).

For graphical symbols, and letter symbols and signs approved by the IEC for general use, readers are referred to publications IEC 60027: *Letter symbols to be used in electrical technology*, IEC 60417: *Graphical symbols for use on equipment. Index, survey and compilation of the single sheets* and IEC 60617: *Graphical symbols for diagrams.*

* See web site address on title page.

RAPPORT TECHNIQUE

TECHNICAL REPORT

CEI
IEC
1026

Première édition
First edition
1991–05

Guide pour l'application des méthodes d'essai analytiques sur l'endurance thermique des matériaux isolants électriques

Guidelines for application of analytical test methods for thermal endurance testing of electrical insulating materials

© CEI 1991 Droits de reproduction réservés — Copyright – all rights reserved

Aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

No part of this publication may be reproduced or utilized in any form or by any means, electronic or mechanical, including photocopying and microfilm, without permission in writing from the publisher

Bureau central de la Commission Electrotechnique Internationale 3, rue de Varembé Genève Suisse
Téléfax: +41 22 919 0300 e-mail: inmail@iec.ch IEC web site http://www.iec.ch

Commission Electrotechnique Internationale
International Electrotechnical Commission
Международная Электротехническая Комиссия

CODE PRIX
PRICE CODE V

Pour prix, voir catalogue en vigueur
For price, see current catalogue

SOMMAIRE

Pages

AVANT-PROPOS 4

INTRODUCTION 6

Articles

SECTION UN - ASPECTS GÉNÉRAUX

1 Domaine d'application et objet 10
2 Principes généraux 10
3 Méthodes analytiques pour la mesure des vitesses de réaction 12

SECTION DEUX - MÉTHODE D'ESSAI A, CAS D'UNE RÉACTION UNIQUE

4 Domaine d'application de la méthode A 18
5 Mesure des vitesses de réaction suivant la méthode A 20
6 Essais de vieillissement conventionnels suivant la méthode A 22
7 Evaluation suivant la méthode A 22
8 Rapports suivant la méthode A 24

SECTION TROIS - MÉTHODE D'ESSAI B, CAS DE RÉACTIONS MULTIPLES

9 Domaine d'application de la méthode B 26
10 Mesure des vitesses de réaction suivant la méthode B 30
11 Calculs suivant la méthode B 34
12 Essais de vieillissement conventionnels suivant la méthode B 38
13 Evaluation suivant la méthode B 40
14 Rapports suivant la méthode B 42

SECTION QUATRE - MÉTHODE D'ESSAI C, RÉACTIONS MULTIPLES AVEC DIFFUSION

15 Domaine d'application de la méthode C 44
16 Mesure des vitesses de réaction suivant la méthode C 46
17 Calculs suivant la méthode C 48
18 Essais de vieillissement conventionnels suivant la méthode C 50
19 Evaluation suivant la méthode C 50
20 Rapports suivant la méthode C 52

ANNEXE A – Présentation des principes théoriques des méthodes d'essai B et C 54

ANNEXE B – Références 56

FIGURES 58

CONTENTS

Page

FOREWORD 5

INTRODUCTION 7

Clause

SECTION ONE - GENERAL ASPECTS

1 Scope and object 11
2 General principles 11
3 Analytical methods for reaction rate measurements 13

SECTION TWO - TEST PROCEDURE A, SINGLE REACTION CASE

4 Range of application for procedure A 19
5 Reaction rate measurements in procedure A 21
6 Conventional ageing tests in procedure A 23
7 Evaluation in procedure A 23
8 Reporting in procedure A 25

SECTION THREE - TEST PROCEDURE B, MULTI-REACTION CASE

9 Range of application for procedure B 27
10 Reaction rate measurements in procedure B 31
11 Calculations in procedure B 35
12 Conventional ageing tests in procedure B 39
13 Evaluation in procedure B 41
14 Reporting in procedure B 43

SECTION FOUR - TEST PROCEDURE C, MULTI-REACTION WITH DIFFUSION

15 Range of application for procedure C 45
16 Reaction rate measurements in procedure C 47
17 Calculations in procedure C 49
18 Conventional ageing tests in procedure C 51
19 Evaluation in procedure C 51
20 Reporting in procedure C 53

APPENDIX A – Presentation of the theoretical principles of test procedures A and B 55

APPENDIX B – References 56

FIGURES 58

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

GUIDE POUR L'APPLICATION DES MÉTHODES D'ESSAI ANALYTIQUES SUR L'ENDURANCE THERMIQUE DES MATÉRIAUX ISOLANTS ÉLECTRIQUES

AVANT-PROPOS

1) Les décisions ou accords officiels de la CEI en ce qui concerne les questions techniques, préparés par des Comités d'Etudes où sont représentés tous les Comités nationaux s'intéressant à ces questions, expriment dans la plus grande mesure possible un accord international sur les sujets examinés.

2) Ces décisions constituent des recommandations internationales et sont agréées comme telles par les Comités nationaux.

3) Dans le but d'encourager l'unification internationale, la CEI exprime le voeu que tous les Comités nationaux adoptent dans leurs règles nationales le texte de la recommandation de la CEI, dans la mesure où les conditions nationales le permettent. Toute divergence entre la recommandation de la CEI et la Règle nationale correspondante doit, dans la mesure du possible, être indiquée en termes clairs dans cette dernière.

Le présent rapport a été établi par le Sous-Comité 15B: Essais d'endurance, du Comité d'Etudes n° 15 de la CEI: Matériaux isolants.

Le texte de ce rapport est issu des documents suivants:

Règle des Six Mois	Rapport de vote
15B(BC)77 et 77A	15B(BC)84

Le rapport de vote indiqué dans le tableau ci-dessus donne toute information sur le vote ayant abouti à l'approbation de ce rapport.

Les publications suivantes de la CEI sont citées dans le présent rapport.

Publications n^{os} 216: Guide pour la détermination des propriétés d'endurance thermique de matériaux isolants électriques.

216-1 (1990): Première partie: Guide général relatif aux méthodes de vieillissement et à l'évaluation des résultats d'essai.

216-3-1 (1990): Troisième partie: Instructions pour le calcul des caractéristiques d'endurance thermique. Section 1 - Calculs basés sur les valeurs moyennes des résultats complets normalement distribués.

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

GUIDELINES FOR APPLICATION OF ANALYTICAL TEST METHODS FOR THERMAL ENDURANCE TESTING OF ELECTRICAL INSULATING MATERIALS

FOREWORD

1) The formal decisions or agreements of the IEC on technical matters, prepared by Technical Committees on which all the National Committees having a special interest therein are represented, express, as nearly as possible, an international consensus of opinion on the subjects dealt with.

2) They have the form of recommendations for international use and they are accepted by the National Committees in that sense.

3) In order to promote international unification, the IEC expresses the wish that all National Committees should adopt the text of the IEC recommendation for their national rules in so far as national conditions will permit. Any divergence between the IEC recommendation and the corresponding national rules should, as far as possible, be clearly indicated in the latter.

This report has been prepared by Sub-Committee 15B: Endurance tests, of IEC Technical Committee No. 15: Insulating materials.

The text of this report is based on the following documents:

Six Months' Rule	Report on Voting
15B(CO)77 and 77A	15B(CO)84

Full information on the voting for the approval of report can be found in the Voting Report indicated in the above table.

The following IEC publications are quoted in this report.

Publications Nos. 216: Guide for the determination of thermal endurance properties of electrical insulating materials.

216-1 (1990): Part 1: General guidelines for ageing procedures and evaluation of test results.

216-3-1 (1990): Part 3: Instructions for calculating thermal endurance characteristics. Section 1 - Calculations using mean values of normally distributed complete data.

GUIDE POUR L'APPLICATION DES MÉTHODES D'ESSAI ANALYTIQUES SUR L'ENDURANCE THERMIQUE DES MATÉRIAUX ISOLANTS ÉLECTRIQUES

INTRODUCTION

Les méthodes analytiques sont appliquées aux recherches sur les processus de vieillissement des matériaux isolants électriques et à la mesure des vitesses de réaction de vieillissement depuis plus de 25 ans. La liste de références jointe à ce rapport se limite aux recherches présentant des méthodes analytiques sensibles utilisées pour la mesure des vitesses de réaction jusqu'aux températures d'utilisation des matériaux.

La chromatographie en phase gazeuse et la spectrométrie de masse utilisées comme méthodes analytiques par les premiers chercheurs [1, 2]* ont permis d'élaborer la méthode A de ce rapport, ainsi que plusieurs autres résultats publiés par la suite [5, 7, 10, 11].

Des chercheurs ont plus récemment employé un nouvel instrument analytique, le calorimètre isothermique différentiel [4], qui, avec certains développements théoriques [9] et d'autres publications [6, 12, 13, 14], forme la base des méthodes B et C de ce rapport.

D'autres chercheurs se sont concentrés sur l'utilisation de techniques analytiques rapides (telles que l'analyse thermogravimétrique ATG et l'analyse thermique différentielle ATD), permettant une estimation de l'endurance thermique à partir des seules mesures obtenues. Bien que ces méthodes puissent constituer des outils précieux pour l'élaboration de nouveaux polymères ou la sélection de matériaux pour des essais d'endurance thermique à long terme, elles ne font pas l'objet de ce rapport car elles obligent à une extrapolation des résultats d'essai sur une large gamme de températures, ce qui peut amener des conclusions erronées.

Il existe ainsi assez de connaissances en ce domaine pour préparer des modes opératoires détaillés destinés à être publiés sous forme de rapport de la CEI, afin de préparer la normalisation ultérieure de la méthode. Ce rapport servira également à stimuler d'autres recherches sur l'application des méthodes analytiques dans les essais d'endurance thermique des matériaux isolants.

Ce rapport repose sur les principes suivants:

1) Les méthodes analytiques utilisées doivent être assez sensibles pour permettre les mesures de vitesse de réaction jusqu'aux températures d'utilisation des matériaux.

2) De nombreuses méthodes analytiques se sont révélées acceptables pour la mesure des vitesses de réaction et ont fourni des renseignements sur ces vitesses de réaction. Aussi, les méthodes d'essais favorisent-elles l'utilisation de bon nombre de méthodes analytiques.

---

* Les numéros entre crochets se rapportent à l'annexe B - Références.

GUIDELINES FOR APPLICATION OF ANALYTICAL TEST METHODS FOR THERMAL ENDURANCE TESTING OF ELECTRICAL INSULATING MATERIALS

INTRODUCTION

Analytical methods have been applied to investigations of ageing processes in electrical insulating materials and to the measurement of ageing reaction rates for more than 25 years. The reference list attached to this report is limited to investigations where sensitive analytical methods have been applied for reaction rate measurements down to the application temperature range of materials.

The first investigators [1,2]* used gas chromatography or mass spectrometry as analytical methods in a way from which procedure A of this report could be developed, together with several later published results [5, 7, 10, 11].

Later investigators used a new analytical instrument, the isothermal differential calorimeter [4], which, together with theoretical developments [9] and other publications [6, 12, 13, 14] is the basis of procedures B and C of this report.

Other investigators have concentrated on the use of rapid analytical techniques (such as thermogravimetric analysis TGA and differential thermoanalysis DTA), and on the derivation of an estimate of thermal endurance solely on the basis of these measurements. While these methods may be valuable tools when developing new polymers or selecting materials for long-term thermal endurance testing, they do not belong to the scope of this report, since these methods lead to extrapolation of test results over a large temperature span, which may lead to erroneous conclusions.

There is thus sufficient knowledge gathered in this field to prepare detailed procedures to be published as an IEC Report, in order to pave the way for the later standardization of the method. This report is also intended to stimulate further work on the application of analytical methods for thermal endurance testing of insulating materials.

This report is based on the following principles:

1) The analytical methods used must be sensitive enough to enable measurements of ageing reaction rates down to the application temperatures of the materials.

2) Several analytical methods have been shown to be suitable for reaction rate measurements and to produce similar information about reaction rates. Therefore, the test procedures allow the use of several analytical methods.

---

* Numbers in square brackets refer to Appendix B - References.

3) La mesure des vitesses de réaction de vieillissement permet de déterminer la vitesse du processus de vieillissement (ou d'autres réactions), produisant ainsi des renseignements sur la pente de la courbe d'endurance thermique, par exemple.

4) Les valeurs de vitesse de réaction ne permettent pas, à elles seules, de décrire entièrement l'endurance thermique des matériaux. Elles doivent être combinées à des essais de vieillissement de type conventionnel pour produire des valeurs d'endurance thermique réelles comme celles figurant dans la Publication 216 de la CEI.

5) La mesure analytique des vitesses de réaction a pour but d'assurer le même mécanisme physique ou chimique de vieillissement que lors d'essais de vieillissement conventionnels aux températures d'utilisation, mais à une vitesse beaucoup plus élevée.

6) Les matériaux présentent des processus de vieillissement plus ou moins spécifiques. Aussi, les méthodes d'essais doivent-elles être soit universelles (applicables à n'importe quel matériau), soit spécifiques.

La comparaison entre les méthodes d'essais décrites dans ce rapport et les méthodes d'essais d'endurance thermique conventionnelles, normalisées et énoncées dans la Publication 216 de la CEI, fait apparaître les différences suivantes:

– les méthodes d'essais de ce rapport produisent des données expérimentales à des températures aussi basses que les températures d'utilisation des matériaux, éliminant ainsi toute nécessité d'extrapolation;

– le temps d'essai total sera plus court, car les essais de vieillissement conventionnels sont moins nombreux et moins longs, et les méthodes analytiques exigent elles-mêmes peu de temps;

– les conditions de service réelles peuvent être simulées avec précision, surtout en ce qui concerne le vieillissement dû à l'humidité atmosphérique et à l'oxydation.

Compte tenu des principes 1) à 6) énoncés plus haut, ce rapport décrit trois méthodes d'essais de complexité croissante. Ces méthodes peuvent s'avérer extrêmement utiles pour établir certains paramètres de base des matériaux, autres que ceux précisés dans la Publication 216 de la CEI.

Ce rapport utilise la terminologie et les concepts définis dans la Publication 216 de la CEI.

3) Measurements of the ageing reaction rates serve the purpose of determining the rate of the ageing process (or of separate reactions), producing information e.g. about the slope of the thermal endurance graph.

4) Reaction rate values alone cannot be used to totally describe the thermal endurance of materials. They must be combined with ageing tests of the conventional type to produce actual thermal endurance values in the same form as IEC Publication 216.

5) The goal of analytical reaction rate measurements is to ensure the same physico-chemical ageing mechanism in the conventional ageing tests as at application temperatures, but at a much higher rate.

6) There are materials with ageing processes of different complexity. The test procedures should be either universal (applicable to any material) or also of different complexity.

When test procedures which are described in this report are compared with the presently standardized conventional thermal endurance test methods specified in IEC Publication 216, the following differences may be revealed:

- test procedures in this report produce experimental data down to the application temperature range of materials, eliminating the need for extrapolation;

- the total testing time will be shorter since fewer conventional ageing tests with a shorter duration are needed, and the analytical procedures themselves require little time;

- actual service conditions can be accurately simulated, especially regarding the ageing due to atmospheric humidity and oxidation.

Following the principles 1) to 6) described above, three test procedures of increasing complexity are described in this report. These procedures may be found extremely useful in establishing some basic parameters of materials, additional to those obtained through using IEC Publication 216.

Throughout this report the terminology and concepts presented in IEC Publication 216 are used.

SECTION UN - ASPECTS GÉNÉRAUX

1 Domaine d'application et objet

Le présent rapport décrit des méthodes d'essai destinées à l'évaluation de l'endurance thermique des matériaux isolants électriques, fondées sur l'utilisation combinée de méthodes analytiques sensibles pour la réalisation d'essais accélérés et d'essais de vieillissement conventionnels. Elle énonce également les conditions à observer lors du déroulement des essais et démontre comment les caractéristiques correspondant à l'indice de température (IT) et à l'intervalle de division par 2 (IDC) de la Publication 216 de la CEI sont obtenues à partir des résultats d'essais.

2 Principes généraux

2.1 *Description des méthodes d'essais*

Le vieillissement thermique des matériaux isolants se compose principalement de réactions chimiques qui entraînent des modifications progressives des propriétés physiques des matériaux et finissent par altérer leur fonctionnalité. La composition chimique (résultant de la détérioration due aux réactions de vieillissement thermique) et la valeur de n'importe quelle propriété physique des matériaux sont, par conséquent, étroitement liées.

Il est alors possible d'estimer la performance à long terme des matériaux grâce à une mesure appropriée des vitesses de réaction de vieillissement (qui décrivent la vitesse de dégradation) combinées à des essais de vieillissement de type conventionnel.

Puisque la corrélation exprimée plus haut peut présenter une complexité variable, ce guide décrit trois méthodes d'essais (A, B et C) qui tiennent compte de la complexité croissante du processus de vieillissement.

Dans la méthode A, le processus de vieillissement thermique est traité comme une réaction unique, en supposant qu'une réaction de vieillissement domine le processus de vieillissement. Dans ce cas, le temps jusqu'au point limite dans un essai de vieillissement conventionnel est inversement proportionnel à la vitesse de réaction de vieillissement à la température de vieillissement. Les valeurs inverses des vitesses de réaction étant fonction de la température, il est alors possible de les utiliser pour tracer la courbe d'endurance thermique si celle-ci est placée de façon qu'elle contienne un point déterminé à partir d'un résultat d'essai de vieillissement conventionnel. Une fois tracée, la courbe d'endurance thermique permet d'obtenir les valeurs des caractéristiques d'endurance thermique correspondant à l'indice de température IT et à l'intervalle de division par 2 IDC (voir la Publication 216 de la CEI).

Dans les méthodes B et C, trois réactions de vieillissement sont considérées comme importantes: la dégradation thermique se produisant en atmosphère inerte, l'oxydation et l'hydrolyse (ou au moins deux de ces réactions). On admet généralement que, s'il existe plus d'une réaction du même type (plusieurs réactions oxydantes, par exemple), une réaction domine alors le groupe de réactions (à savoir, une réaction oxydante domine les réactions oxydantes). Le principe essentiel consiste à sélectionner les conditions de vieillissement afin d'accélérer les trois réactions principales de façon égale, en vue de simuler du mieux possible le véritable processus de vieillissement se produisant à une température inférieure. Ce résultat s'obtient en deux étapes.

SECTION ONE - GENERAL ASPECTS

1 Scope and object

This report describes test procedures for evaluation of the thermal endurance of electrical insulating materials, based on the combined use of sensitive analytical methods for the determination of test acceleration and of conventional ageing tests. It describes the conditions to be observed in the test procedures and shows how characteristics corresponding to temperature index (TI) and halving interval (HIC) of IEC Publication 216 are derived from the test results.

2 General principles

2.1 *Description of test procedures*

Thermal ageing of insulating materials is mainly composed of chemical reactions, which progressively cause changes in the physical properties of the material and in the end affect its functionality. The chemical composition (as a result of deterioration due to the thermal ageing reactions) and the value of any physical property of the material are therefore closely correlated.

It is thus possible to provide means of estimating the long term performance of materials through suitable measurements of ageing reaction rates (which describe the speed of degradation) combined with ageing tests of conventional type.

Since the correlation given above may be of variable complexity, three test procedures (A, B and C) are presented in this guide, taking into account the increasing complexity of the ageing process.

In procedure A, the thermal ageing process is treated as one reaction, assuming that one ageing reaction dominates the ageing process. In this case the time to end-point in a conventional ageing test is inversely proportional to the ageing reaction rate at the ageing temperature. The inverse values of reaction rates as function of temperature can therefore be used to describe the thermal endurance graph, if the curve is fixed so that it contains a point determined from an actual conventional ageing test result. Based on this constructed thermal endurance graph, values of the thermal endurance characteristics corresponding to temperature index TI and halving interval HIC (see IEC Publication 216) can be obtained.

In procedures B and C, three ageing reactions are assumed to be important: thermal degradation proceeding in an inert atmosphere, oxidation and hydrolysis (or at least two of these reactions). It is assumed that if there is more than one reaction of the same kind (e.g. several oxidative reactions), then one reaction dominates that reaction group (e.g. one oxidative reaction dominates the oxidative reactions). The main principle is to select the ageing conditions so as to accelerate all the three principal reactions by equal amounts, in order to simulate the real ageing process occurring at a lower temperature as closely as possible. This is accomplished in two steps.